

**Code de distribution interne :**

- (A) [ ] Publication au JO  
(B) [ ] Aux Présidents et Membres  
(C) [X] Aux Présidents  
(D) [ ] Pas de distribution

**Liste des données pour la décision  
du 15 avril 2008**

**N° du recours :** T 0574/05 - 3.3.07

**N° de la demande :** 02706852.7

**N° de la publication :** 1361923

**C.I.B. :** B01J 37/20

**Langue de la procédure :** FR

**Titre de l'invention :**

Procédé de sulfuration des catalyseurs d'hydrotraitement

**Demandeur :**

ARKEMA FRANCE

**Référence :**

-

**Normes juridiques appliquées :**

CBE Art. 54

CBE R. 115

**Mot-clé :**

"Nouveauté - (non) - requêtes principale et subsidiaire"

**Décisions citées :**

-

**Exergue :**

-



N° du recours : T 0574/05 - 3.3.07

**D E C I S I O N**  
de la Chambre de recours technique 3.3.07  
du 15 avril 2008

**Requérant :** ARKEMA FRANCE  
420, rue d'Estienne d'Orves  
F-92700 Colombes (FR)

**Mandataire :** Treuil, Claude  
AKREMA FRANCE  
Département Propriété Industrielle  
420, rue d'Estienne d'Orves  
F-92705 Colombes Cedex (FR)

**Décision attaquée :** Décision de la division d'examen de l'Office  
européen des brevets postée le 23 décembre  
2004 par laquelle la demande de brevet  
européen n° 02706852.7 a été rejetée  
conformément aux dispositions de l'article  
97(1) CBE.

**Composition de la Chambre :**

**Président :** S. Perryman  
**Membres :** F. Rousseau  
G. Santavicca

## **Exposé des faits et conclusions**

I. Un recours a été formé à l'encontre de la décision de la division d'examen en date du 23 décembre 2004 de rejeter la demande de brevet No. 02 706 852.7, correspondant à la demande internationale publiée sous le No. WO 02/066161 A1, au motif que l'objet de la revendication 1 de la requête soumise par lettre du 15 juillet 2004 devant cette instance n'était pas nouveau au vu du document (1) FR-A-2 758 478.

II. Cette requête se basait sur un jeu de huit revendications dont les deux revendications indépendantes s'énoncent comme suit :

"1. Procédé de sulfuration in situ d'un catalyseur métallique d'hydrotraitement comprenant une étape de traitement du catalyseur avec le tertiododécylmercaptan en l'absence d'hydrogène, suivie dans le même réacteur d'une étape de traitement avec le diméthylsulfure en présence d'hydrogène."

"8. Utilisation d'un catalyseur métallique, sulfuré par un procédé selon l'une des revendications 1 à 7, pour l'hydrotraitement de charges hydrocarbonées."

III. Selon la division d'examen, le document (1) concernait au vu de son premier paragraphe, page 5, le traitement d'un catalyseur avec un mercaptan, suivi d'un traitement en présence d'hydrogène avec un agent de sulfuration. Les exemples du document (1) montraient l'utilisation préférentielle du tertiodécylmercaptan (ci-après TDM) et du diméthylsulfure (ci-après DMDS) en tant qu'agent de sulfuration. Elle en déduisait que le procédé, objet de

la revendication 1, était anticipé par la divulgation du procédé de traitement selon le document (1).

- IV. La requérante a soumis avec le mémoire exposant les motifs du recours, déposé par télécopie le 22 avril 2005, un jeu de revendications 1 à 7 à titre de requête subsidiaire, dont les revendications indépendantes 1 et 7 s'énoncent comme suit:

"1. Procédé de sulfuration in situ d'un catalyseur métallique d'hydrotraitement comprenant une étape de traitement du catalyseur avec le tertiododécylmercaptan en l'absence d'hydrogène, suivie dans le même réacteur d'une étape de traitement avec le diméthylsulfure en présence d'hydrogène dans lequel la seconde étape est effectuée en deux stades, d'abord à une température comprise entre 150 et 250°C jusqu'à l'obtention d'une percée d'H<sub>2</sub>S dans les gaz de sortie, puis à une température comprise entre 250 et 350°C jusqu'à l'obtention d'une concentration constante d'H<sub>2</sub>S dans les gaz de sortie."

"7. Utilisation d'un catalyseur métallique, sulfuré par un procédé selon l'une des revendications 1 à 6, pour l'hydrotraitement de charges hydrocarbonées."

- V. Dans le mémoire exposant les motifs du recours, la requérante a argumenté en substance que selon le document (1), la présulfuration du catalyseur effectuée dans le réacteur d'hydrotraitement aurait toujours lieu en présence d'hydrogène, alors que la présulfuration ex-situ aurait lieu en l'absence d'hydrogène. Ces conditions de traitement n'étant pas interchangeables, le document (1) ne divulguerait donc pas un procédé de

sulfuration d'un catalyseur d'hydrotraitement dans lequel le traitement avec le TDM en l'absence d'hydrogène et le traitement par le DMDS en présence d'hydrogène sont effectués dans le même réacteur.

VI. La requérante ayant sollicité la tenue d'une procédure orale au cas où il ne serait pas fait droit au recours, a été citée à comparaître le 15 avril 2008. L'opinion préliminaire de la Chambre, qui était indiquée dans une notification jointe en annexe à la citation à comparaître, peut se résumer de la manière suivante :

- a) Les procédés revendiqués n'apparaissaient pas être inventifs au vu d'une part de l'exemple IV du document (1), qui divulguait le prétraitement du catalyseur par le TDM en l'absence d'hydrogène et l'étape de présulfuration par le DMDS en présence d'hydrogène dans deux réacteurs séparés, et d'autre part du paragraphe reliant les pages 6 et 7 de ce même document, selon lequel ces deux étapes pouvaient être effectuées dans le même réacteur.
- b) L'emploi d'un seul et même réacteur pour les étapes de prétraitement par le TDM et de présulfuration par le DMDS, même s'il permettait de différencier les procédés revendiqués de ceux divulgués dans le document (1), ne résultait pas en des catalyseurs métalliques sulfurés différents de ceux obtenus par utilisation de deux réacteurs séparés pour ces étapes. En conséquence l'utilisation des catalyseurs définie à la revendication 8 de la requête principale était anticipée par l'opération d'hydrodésulfuration effectuée à l'exemple IV du document (1).

c) Concernant la requête subsidiaire, il était indiqué que l'exemple IV du document (1) divulguait également une sulfuration en deux étapes comprenant l'utilisation de températures identiques à celles définies dans la requête subsidiaire. Les caractéristiques additionnelles comprises dans la revendication 1 de la requête subsidiaire ne permettaient ni d'éloigner les procédés revendiqués de celui divulgué à l'exemple IV du document (1), ni de distinguer les catalyseurs obtenus par le procédé présentement revendiqué, de ceux obtenus dans cet exemple. Par conséquent, l'objet de la revendication 7 selon la requête subsidiaire était également dépourvu de nouveauté au vu de l'exemple IV du document (1).

VII. Par un courrier du 11 mars 2008, la requérante a informé la Chambre qu'elle ne comparaitrait pas à la procédure orale. Elle n'a pas fourni sur le fond de réponse aux arguments présentés par la Chambre.

VIII. La requérante a été informée par courrier du 14 mars 2008, que la procédure orale était maintenue à la date prévue.

IX. La requérante a requis l'annulation de la décision attaquée et la délivrance d'un brevet sur la base du jeu de revendications ayant fait l'objet de la décision contestée ou subsidiairement sur la base du jeu de revendications 1 à 7 soumis par télécopie le 22 avril 2005.

- X. La procédure orale a été tenue le 15 avril 2008 en l'absence de la requérante, à l'issue de laquelle la décision a été prononcée.

### **Motifs de la décision**

1. Le recours est recevable.
2. Personne n'ayant comparu pour représenter la requérante, pourtant régulièrement citée conformément à la règle 115(1) CBE, la procédure a été poursuivie en son absence (règle 115(2) CBE).

### *Requête principale*

3. La Chambre n'a aucune raison de remettre en cause l'avis de la division d'examen selon lequel les revendications de la requête principale satisfont aux exigences de l'article 123(2) CBE.
4. La revendication 8 de la requête principale porte sur l'utilisation d'un catalyseur métallique, sulfuré par un procédé tel que défini dans l'une des revendications 1 à 7, pour l'hydrotraitement de charges hydrocarbonées. Elle concerne en particulier l'utilisation d'un catalyseur sulfuré par un procédé tel que défini à la revendication 1, qui comprend (i) une étape de traitement du catalyseur avec le tertiododécylmercaptan (TDM) en l'absence d'hydrogène et (ii) une étape successive de traitement avec le diméthyldisulfure (DMDS) en présence d'hydrogène, les deux étapes de traitement susmentionnées (i) et (ii) étant effectuées dans le même réacteur.

5. Le document (1) concerne également l'utilisation d'un catalyseur pour l'hydrotraitement de charges hydrocarbonées (revendication 16). Celui-ci est obtenu par un procédé de présulfuration de catalyseurs à base d'oxydes métalliques, caractérisé en ce que l'agent sulfurant est constitué par ou comprend au moins un mercaptan tertiaire spécifique. Le document (1) divulgue en particulier à l'exemple IV (passage de la page 16, ligne 35 à la page 17, ligne 31) le traitement d'un catalyseur métallique Co-Mo/alumine d'hydrotraitement par imprégnation par une solution de TDM dans l'isooctane, puis élimination du solvant et traitement thermique. Le traitement thermique, qui est décrit au point II de la partie expérimentale du document (1) (page 13, lignes 1-7), est effectué par chauffage sous atmosphère d'azote jusqu'à une température de 135°C, puis refroidissement et conservation, toujours sous atmosphère d'azote. Tel qu'il est requis par la revendication 1 présente, le prétraitement par le TDM est donc effectué dans l'exemple IV du document (1) en l'absence d'hydrogène. Deux échantillons préparés avec des quantités de TDM différentes sont ainsi obtenus. Les deux échantillons prétraités au TDM sont ensuite chargés sous atmosphère d'azote dans un réacteur pour y être soumis à une étape de présulfuration au DMDS effectuée en présence d'hydrogène (page 17, lignes 18-28). Les catalyseurs 8 et 9 obtenus par ces procédés de sulfuration sont utilisés pour l'hydrotraitement du thiophène (passage de la page 17, ligne 34 à la page 18, ligne 18).
6. Le document (1) divulgue donc à l'exemple IV l'hydrotraitement du thiophène par des catalyseurs 8 et

9 obtenus par un procédé, qui à l'exception de l'utilisation d'un seul et même réacteur pour l'étape (i) de prétraitement par le TDM et l'étape (ii) de présulfuration par le DMDS, est identique à celui défini dans la revendication 1 présente.

7. Il est de Jurisprudence constante que la modification d'un procédé chimique connu ne mène pas nécessairement à l'obtention d'un produit nouveau. Si le produit résultant du procédé modifié est défini, non pas par des caractéristiques structurelles qui permettent de le distinguer de celui précédemment obtenu, mais uniquement par son mode de préparation, il faut, pour montrer qu'il est nouveau, apporter la preuve que la modification dudit procédé conduit à un autre produit. De même, l'utilisation particulière d'un produit obtenu par un procédé connu, n'est pas automatiquement rendue nouvelle par le simple fait que le procédé ait été modifié.
  
8. Dans le cas d'espèce, la caractéristique selon laquelle un seul et même réacteur est utilisé pour les étapes (i) et (ii), qui par ailleurs sont en tout point identiques à celles décrites à l'exemple IV du document (1), ne permet pas, en l'absence de preuve du contraire, de différencier les catalyseurs pouvant être obtenus par les procédés présentement revendiqués de ceux obtenus dans l'exemple IV du document (1). Par conséquent, l'utilisation des catalyseurs présulfurés obtenus dans l'exemple IV du document (1), pour l'hydrotraitement du thiophène, telle qu'elle est décrite à l'exemple IV du document (1), anticipe l'objet de la revendication 8 présente. La revendication 8 de la requête principale ne remplit donc pas le critère de nouveauté selon

l'article 54 CBE. La requête principale n'est donc pas admissible.

*Requête subsidiaire*

9. La Chambre s'est assurée que l'objet des revendications de la requête subsidiaire ne s'étend pas au-delà du contenu de la demande telle que déposée. Il n'est cependant pas nécessaire d'en donner les raisons, cette requête devant échouer pour un autre motif, ainsi qu'il est exposé ci-après.
  
10. L'objet de la revendication 7 de la requête subsidiaire correspond à celui de la revendication 8 de la requête principale, dans laquelle le catalyseur utilisé est par référence à la revendication 1 défini de surcroît comme étant obtenu par une étape (ii) effectuée en deux stades, d'abord à une température comprise entre 150 et 250°C jusqu'à l'obtention d'une percée d'H<sub>2</sub>S dans les gaz de sortie, puis à une température comprise entre 250 et 350°C jusqu'à l'obtention d'une concentration constante d'H<sub>2</sub>S dans les gaz de sortie. La question se pose donc de savoir si l'emploi des paliers de températures de l'étape (ii) tels que définis ci-dessus est susceptible de conduire à des catalyseurs différents de ceux obtenus dans l'exemple IV du document (1), ce qui rendrait l'utilisation selon la revendication 7 nouvelle vis-à-vis de celle divulguée dans l'exemple IV de ce document.
  
11. Les composés soufrés génèrent en présence d'hydrogène l'hydrogène sulfuré, qui assure la transformation des oxydes métalliques en sulfures métalliques (voir par exemple le document (1), page 5, lignes 3 à 8).  
L'obtention d'une concentration constante d'H<sub>2</sub>S dans les

gaz de sortie pour l'étape de traitement avec le DMDS, telle que définie à l'étape (ii) de la revendication 1 présente, signifie donc que l'hydrogène sulfuré, généré par le DMDS en présence d'hydrogène, ne réagit plus avec les oxydes métalliques, ce qui revient à dire que la transformation des oxydes métalliques en sulfures métalliques est complète. Ceci est également confirmé par le procédé de l'exemple 1 de la demande présente, qui concerne la sulfuration au DMDS, selon lequel la sulfuration primaire à 220°C est suivie d'une sulfuration à 320°C, température maintenue tant qu'il y a fixation de soufre. Il en est déduit que l'utilisation selon la revendication 7 de la requête subsidiaire correspond à celle de catalyseurs complètement sulfurés.

12. Le traitement des catalyseurs par le DMDS en présence d'hydrogène est effectué à l'exemple IV du document (1) en utilisant des paliers de températures identiques à ceux définis dans la revendication 1 présente (page 17, lignes 22-28). Ce traitement conduit également à une sulfuration complète (page 17, lignes 14-15). Par conséquent, la requérante n'ayant pas démontré que les catalyseurs pouvant être obtenus par le procédé selon la revendication 1 présente sont différents de ceux divulgués à l'exemple IV du document (1), alors que la charge de la preuve lui en incombait, la Chambre conclut que l'objet de la revendication 7 de la requête subsidiaire est également anticipé par l'utilisation de catalyseurs présulfurés pour l'hydrotraitement du thiophène telle que divulguée à l'exemple IV du document (1). L'objet de la revendication 7 de la requête subsidiaire n'étant pas nouveau (article 54 CBE), la requête subsidiaire ne peut qu'échouer.

**Dispositif**

**Par ces motifs, il est statué comme suit :**

Le recours est rejeté.

La Greffière :

Le Président :

M. Kiehl

S. Perryman